

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**





**Procédé de préparation de dérivés d'amidon, susceptible de gonfler dans l'eau froide.**

Société dite : O. J. MEIJER'S FABRIEKEN VOOR VERPAKTE ARTIKELEN N. V. résidant aux Pays-Bas.

Demandé le 12 juin 1957, à 15<sup>h</sup> 48<sup>m</sup>, à Paris.

Délivré le 17 novembre 1958. — Publié le 3 avril 1959.

(Demande de brevet déposée aux Pays-Bas le 3 octobre 1956, au nom de la demanderesse.)

Il est connu de rendre de l'amidon et des dérivés d'amidon gonflables dans l'eau froide. Dans l'industrie, on utilise à cet effet des moyens techniques destinés à épaissir l'amidon à une température plus élevée et généralement beaucoup plus élevée que la température d'épaississement de l'amidon ou des dérivés d'amidon, et en soumettant simultanément l'amidon à une pression convenable, on le presse en minces couches et on le sèche en même temps. Les sècheurs à cylindres utilisés à cet effet n'ont qu'une faible capacité et consomment beaucoup de courant et d'énergie.

Il est également connu de rendre l'amidon gonflable dans l'eau froide, en faisant éclater les grains d'amidon dans des broyeurs convenables (voir brevet d'Allemagne n° 837.980 déposé le 10 octobre 1948) et on sait que par l'emploi de pression et de chaleur, on ne peut qu'obtenir un effet similaire (brevet d'Allemagne n° 665.742 déposé le 11 décembre 1928). Il n'est question dans ces brevets antérieurs que d'amidon ou d'amidon décomposé, mais jamais de dérivés d'amidon.

Le procédé, faisant l'objet de l'invention, concerne spécifiquement les dérivés d'amidon à amener dans une forme telle qu'ils puissent gonfler et/ou se dissoudre à froid. Le procédé se rapporte donc aux dérivés d'amidon qui, au microscope, laissent encore apparaître les grains d'amidon et qui ne sont pas gonflables ou solubles dans l'eau froide. A cet égard, on peut citer les dérivés d'amidon qui ont été modifiés par :

- 1° Un traitement acide en suspension (soit à froid, soit à température plus élevée);
- 2° Oxydation (par exemple avec des hypochlorites, des peroxydes et des persels en général);
- 3° Etherification ou estérification;
- 4° Et ceux produits par un procédé de dextrinisation, qui ne se dissolvent ou ne gonflent que peu ou pas dans l'eau froide.

Tous ces produits peuvent être traités par le

procédé suivant l'invention, afin d'acquérir la propriété si importante de pouvoir gonfler et/ou se dissoudre dans l'eau froide.

Selon l'invention, on a découvert que, de façon surprenante, lorsque de tels produits sont soumis à un traitement mécanique sous une faible augmentation de pression et en subissant une friction, ils deviennent gonflables et/ou solubles à froid. De façon remarquable, on obtient ainsi un produit dont la grosseur des particules dépasse celle des grains d'amidon initiaux.

Il semble exister une relation étroite entre :

- 1° La friction;
- 2° La pression;
- 3° La température;
- 4° La teneur en humidité existant pendant le traitement.

Les variations possibles entre ces quatre facteurs sont très larges, et il est difficile d'établir des règles générales pour ces quatre facteurs variables.

Il faut donc qu'un appareil approprié puisse permettre une friction et une pression variables. Comme appareil convenant particulièrement à cet effet, on peut citer un broyeur à meules, ou un autre dispositif équivalent, produisant le même effet. Avec un broyeur à meules, soit à plateaux tournants, soit à plateaux fixes, on dispose toujours de trois variables pour obtenir l'effet désiré :

- 1° La vitesse de rotation;
- 2° La pression sur les meules;
- 3° Le « glissement » des meules vis-à-vis des plateaux.

Lorsque les meules ne sont pas commandées séparément, une plus grande vitesse peut avoir pour effet d'augmenter le « glissement ». Lorsque les meules ne sont pas commandées librement, l'augmentation de la pression entraîne automatiquement celle du « glissement ».

Il est évident que, si les dérivés d'amidon ont

une teneur plus grande en humidité, il faut choisir d'autres conditions que lorsque cette teneur est plus faible. Certains dérivés peuvent aussi supporter plus d'humidité que d'autres pendant le traitement. Il va de soi qu'un amidon oxydé peut supporter plus d'humidité qu'un dérivé d'amidon obtenu par un procédé de dextrinisation.

Pour chaque dérivé, quelle que soit la manière dont il a été obtenu, il faut donc choisir d'autres conditions qui sont faciles à déterminer par des essais préalables.

Comme dit plus haut, l'invention concerne principalement les dérivés d'amidon, qui peuvent, dans les grandes lignes, être divisés en quatre groupes. A quelques exceptions près tous ces produits sont bouillis avant d'être utilisés. Un inconvénient est que souvent il se produit une modification sensible de la viscosité après le refroidissement. Par contre, si les dérivés d'amidon sont traités de la manière précitée, il ne se produit pas, ou presque pas, de modification de la viscosité, lorsqu'après avoir été dissous dans de l'eau froide, ou gonflés et/ou épaissis, on les conserve quelque temps, ce qui facilite beaucoup leur utilisation dans l'industrie.

Une élévation de la température pendant le traitement mécanique précité y est désavantageuse bien que d'autre part la transformation du dérivé d'amidon en un produit qui soit soluble et/ou gonflable dans l'eau froide, ou qui soit épaissi, est avantageuse.

L'augmentation de la température agit en général catalytiquement. Une augmentation de l'humidité agit aussi catalytiquement, mais elle est liée à certaines limites en liaison avec la température. Il n'est pas envisagé de rendre soluble un dérivé d'amidon déjà complètement épaissi, en soumettant à ce procédé un amidon et/ou un dérivé d'amidon déjà dissous et/ou gonflé. Mais, par contre, il n'est pas désavantageux, et il entre dans le cadre de l'invention, de prévoir déjà un faible épaississement des grains avant le traitement. L'appareil qui produit un effet analogue à celui d'un pilon dans un mortier, comme par exemple un broyeur à meules ou un appareil à effet équivalent, à plateaux non rotatifs, est tout particulièrement avantageux. La pression des meules et/ou le « glissement », peuvent alors toujours être réglés largement. Il est étonnant de constater que, lors du traitement dans un tel appareil, la grosseur des particules n'est pas réduite, mais augmentée. Les grains d'amidon et/ou de dérivés d'amidon sont agglomérés en plus grands éléments et l'humidité présente pendant le traitement est utilisée pour agglomérer les grains d'amidon et/ou de dérivés d'amidon.

Par un tamisage et une mouture consécutive, on peut sélectionner les particules ayant la grosseur

désirée, et renvoyer au traitement les particules éventuellement indésirables. Il est surprenant de constater que le traitement rend l'amidon et/ou les dérivés d'amidon plus réactifs. L'oxydation, la scission d'un groupe acide, l'éthérification et l'estérification se déroulent plus rapidement et complètement, particulièrement lorsqu'il s'opèrent pendant le traitement.

En procédant avec précision, on peut obtenir par exemple des produits à faible viscosité, solubles et/ou gonflables à froid lorsque l'agent de scission est ajouté avant ou pendant le traitement. La propriété importante dans l'industrie, que constitue une viscosité plus élevée, résultant de l'addition d'agents augmentant la viscosité, comme la potasse caustique, le borax et les agents alcalins en général, peut être obtenue très aisément en ajoutant ces agents à l'amidon et/ou aux dérivés d'amidon, avant ou pendant le traitement.

Des températures supérieures au point d'épaississement de l'amidon pour un pourcentage d'humidité supérieur à 50 %, ne doivent pas être appliquées, étant donné qu'il peut alors déjà se produire un épaississement complet de l'amidon et/ou des dérivés d'amidon. Le traitement mécanique consécutive, pour dissoudre les grains d'amidon sous une pression plus ou moins forte dans l'eau présente, ce qui peut produire un début de dissolution et/ou d'épaississement dans l'eau présente, est alors d'autant plus difficile.

L'invention sera décrite plus en détail ci-après à l'aide des exemples suivants :

*Exemple 1.* — 300 g de fécule de pommes de terre décomposée par de l'hypochlorite de soude d'une teneur en humidité de 20 % sont traités pendant trois heures, dans un vase en porcelaine d'une contenance de 5 litres pourvu d'un cylindre d'acier lesté de plomb, pesant environ 10 kg, à une vitesse de 175 tours à la minute. Après le traitement 120 g, soit 40 %, ne passent plus par un tamis d'une ouverture de mailles de 0,25 mm, tandis que le produit initial passait complètement. Le refus du tamis peut sans plus être dispersé dans l'eau froide, à une concentration de 25 % de la matière sèche. Après quatorze jours, cette dispersion est encore liquide, tandis qu'un échantillon bouilli du produit initial non traité forme déjà un gel solide après vingt-quatre heures.

*Exemple 2.* — On traite dans l'appareil décrit dans l'exemple 1, pendant trois heures, 300 g de fécule de pommes de terre d'une teneur en humidité de 20 %, auxquels on a ajouté auparavant 90 g d'eau oxygénée à 30 %. Du produit ainsi obtenu, 54 % ne passent plus par un tamis d'une ouverture de mailles de 0,25 mm, tandis que le produit non traité passait complètement.

La viscosité d'une dispersion à 25 % dans de l'eau froide ne se modifie pas après quatorze jours,

tandis qu'un échantillon bouilli d'un produit de la même concentration et traité avec la même quantité d'eau oxygénée mais non traité autrement forme après vingt-quatre heures une masse friable.

*Exemple 3.* — On soumet au traitement décrit dans l'exemple 1, 300 g d'un ester de fécule de pommes de terre, contenant environ 1 % de radicaux acétyle et 19 % d'humidité. Le produit final contient 10 % de grains d'une grosseur supérieure à 0,25 mm. Une dispersion dans de l'eau froide et à une concentration de 10 % de matière sèche n'est pas encore épaissie après sept jours, tandis qu'un échantillon bouilli de l'ester non traité et à la même concentration forme déjà après un jour un gel solide.

*Exemple 4.* — On traite comme dans l'exemple 1 de la dextrine blanche d'une viscosité moyenne et d'une teneur en humidité de 19,6 %. Le produit final est retenu entièrement par un tamis d'une ouverture de mailles de 0,25 mm, tandis que la dextrine initiale passe complètement par ce tamis. Le calibre moyen se situe entre 3-5 mm. Le produit final en gros grains est moulu jusqu'à une grosseur moyenne de 0,25 mm, après quoi, on peut le disperser aisément dans de l'eau froide. Il se forme une pâte légère après un temps remarquablement plus long que pour un échantillon bouilli du produit non traité.

*Exemple 5.* — On soumet pendant un quart d'heure au traitement décrit dans l'exemple 1, 300 g de fécule de pommes de terre avec 15 g de NaOH solide. On ajoute ensuite 7,5 g d'acide monochloracétique et on poursuit le traitement pendant trois heures. 10 % du produit final ne passent plus par un tamis d'une ouverture de mailles de 0,25 mm.

Un échantillon bouilli, ayant une concentration de 10 %, est encore très liquide après avoir reposé pendant sept jours. Il en est exactement de même pour une dispersion dans de l'eau froide à une même concentration.

La fécule de pommes de terre avait avant le traitement une teneur en eau de 15 %.

#### RÉSUMÉ

L'invention a pour objet un procédé pour ren-

dre des produits d'amidon gonflables et/ou solubles dans l'eau froide, ce procédé présentant les caractéristiques suivantes, considérées séparément ou en combinaison :

a. Des produits, dont les grains d'amidon sont encore visibles au microscope, sont soumis à une action mécanique produisant une friction sous une pression faible et/ou plus forte, de préférence dans un appareil ayant une action semblable à celle d'un broyeur à meules, les particules obtenues étant plus grosses que celles du produit de départ;

b. Le dérivé d'amidon ne contient pas plus de 50 % d'eau;

c. Le traitement s'effectue sous pression et avec friction avec au maximum 50 % d'humidité, pourcentage calculé par rapport au dérivé d'amidon, à des températures inférieures aux températures d'épaississement des dérivés d'amidon traités;

d. On ajoute des agents réduisant la viscosité;

e. On ajoute comme agent d'oxydation, des peroxydes, des persels, etc.;

f. On ajoute des produits éthérifiant ou estérifiant l'amidon;

g. On ajoute des produits chimiques augmentant la viscosité tels que du borax, des lessives caustiques, etc.;

h. Les particules d'amidon obtenues sont moulues de manière à avoir une grosseur déterminée.

L'invention vise plus particulièrement certains modes d'application ainsi que certains modes de réalisation desdits procédés; et elle vise plus particulièrement encore, et ce à titre de produits industriels nouveaux, les produits dérivés d'amidon, gonflables et/ou solubles dans l'eau, obtenus par les procédés comportant application des caractéristiques susdites, les éléments et appareils spéciaux convenant pour la mise en œuvre de ces procédés, ainsi que les produits constitués ou traités à l'aide des dérivés.

Société dite :

O. J. MEIJER'S FABRIEKEN VOOR VERPAKTE  
ARTIKELN N. V.

Par procuration :

PLASSERAUD, DEVANT, GUTMANN, JACQUELIN.

214